

Kristýna MILÁČKOVÁ¹, Jan VALENTIN²

**POROVNÁNÍ DVOU VYBRANÝCH ZKUŠEBNÍCH METOD PRO STANOVENÍ DYNAMICKÉ
VISKOZITY ASFALTOVÝCH POJIV**

**COMPARISON OF TWO SELECTED TEST METHODS FOR ASSESSMENT OF DYNAMIC
VISCOSITY OF BITUMINOUS BINDERS**

Abstrakt

Dynamická viskozita je jednou z hlavních charakteristik asfaltového pojiva a jeho aplikace v asfaltových směsích. Viskozitu lze využít pro predikci tokového chování a pro stanovení úrovně zpracovatelnosti a ztuhnutí. Jelikož asfaltové pojivo je viskoelastický materiál, není stanovení dynamické viskozity jednoduché jako v případě Newtonovské kapaliny. Známé a v praxi využívané jsou různé metody jejího stanovení, dnes nejčastěji s využitím rotačního Brookfield viskozimetru. Uvažovat lze i další metody, přičemž nejsou ověřené závislosti výsledků různých metod. Příspěvek se zaměřuje především na zkoušku s využitím rotačního viskozimetru a zkoušku stanovení dynamické viskozity na dynamickém smykovém reometru s využitím geometrie destička-destička ve zkušebním režimu s řízenou rotací. Provedena byla vzájemná porovnání a posouzení možných závislostí obou přístupů z hlediska pozdějšího využití v praxi i při experimentálním posuzování. Cílem bylo identifikovat a odvodit možné závislosti mezi oběma metodami. V rámci získaných výsledků byla pozornost též věnována porovnání změny dynamické viskozity u nezestárých a zestárých asfaltových pojiv z důvodu určujícího dopadu fenoménu stárnutí na degradaci materiálu a tudíž trvanlivost asfaltové směsi. Jako dodatečný výsledek byl posouzen vliv některých používaných přísad na viskozitu asfaltového pojiva.

Klíčová slova

Dynamická viskozita, deformace, smykový spád, asfaltové pojivo, dynamický smykový reometr, rotační viskozimetr.

Abstract

Dynamic viscosity is one of the key characteristics related to bitumen and its use in asphalt mixes. Viscosity is in this connection used for prediction of flow behavior and determination of good workability and compaction. Since bitumen is a viscoelastic material the determination of dynamic viscosity is not as simple as for Newtonian fluid. Different test methods are known and used, most commonly rotation Brookfield viscosimeter. Applicable are also other test methods, nevertheless assessed functionalities of results from different test methods are not described exactly. The paper describes in this connection application of rotation viscosity test and use of dynamic shear rheometer with plate-plate geometry in a rotational test. Mutual comparison of possible functionalities of both approaches for later use in laboratory and application in practice are made. Within the scope of gained results further assessment has been done as well for the comparison of dynamic viscosity of un-aged and aged bituminous binders, because of the crucial impact of ageing as one of the key

¹ Bc. Kristýna Miláčková, Katedra silničních staveb, Fakulta stavební, ČVUT v Praze, Thákurova 7, 166 29 Praha 6, e-mail: kristyna.milackova@fsv.cvut.cz.

² Ing. Jan Valentin, Ph.D., Katedra silničních staveb, Fakulta stavební, ČVUT v Praze, Thákurova 7, 166 29 Praha 6, tel.: (+420) 22435 3880, e-mail: jan.valentin@fsv.cvut.cz

effects of material degradation. Influence of selected additives on bitumen viscosity has been analyzed as well.

Keywords

Dynamic viscosity, strain, shear rate, bitumen, dynamic shear rheometer, rotational viscosimeter.

1 ÚVOD

Reologické chování a vymezení odpovídajících funkčních charakteristik patří mezi důležité parametry určení užitého chování asfaltových pojiv a směsí. Důvodem je viskoelastický charakter asfaltového pojiva. Reologie jako vědní disciplína byla definována teprve v roce 1926 a byla původně vymezena jako věda zabývající se zkoumáním přetvárných pochodů hmot, tečení materiálů, jakož i pohybu a napjatosti kapalin s vyšší viskozitou, které neodpovídají klasickým zákonům viskózního a pružného chování popsanými Hookem a Newtonem, a současně mezi jejich určující rysy při posuzování jednotlivých vlastností patří výrazná časová a teplotní závislost. V oblasti asfaltových pojiv a směsí se intenzivněji využívá od sedmdesátých let minulého století, jak uvádí STASTNA et al. (2003). Její počátky jsou spojeny s postupným zaváděním experimentálních postupů zaměřených na vymezení deformačního chování pomocí různých modulů, jakož i s metodami a analýzou únavového chování. Masivnější rozšíření praktického využívání funkčních charakteristik založených na sledování reologických zákonitostí je spojeno s americkými výzkumným programem SHRP (*Strategic Highway Research Program*) a NCSHRP (*National Cooperative Highway Research Program*), během kterých byla navržena a postupně je dále rozvíjena většina dnes používaných zkušebních postupů a odpovídajících přístrojů.

Reologie popisuje asfaltová pojiva na základě proměnných vlivů a změn chování v důsledku teploty, velikosti a intenzity zatížení a stárnutí materiálu v závislosti na čase. Usnadňuje pochopení a vymezení užitého chování založeného na funkčních vlastnostech. Viskozita asfaltového pojiva, která byla zvolena pro prezentaci dílčích závěrů experimentálních měření, popisuje kromě kvality zpracovatelnosti také odolnost asfaltového pojiva a směsí proti trvalým deformacím. V této problematice nicméně zastává minimálně obdobně důležitou úlohu křivka zrnitosti asfaltové směsi, jakož i množství a typ použitého asfaltového pojiva. Jelikož asfaltová pojiva se chovají pružně i viskózně, je potřeba popsat jejich chování v závislosti na teplotě. Skutečnost vhodně může popsat dynamická viskozita nebo charakteristiky založené na komplexním smykovém modulu asfaltového pojiva a to v poměrně širokých teplotních intervalech.

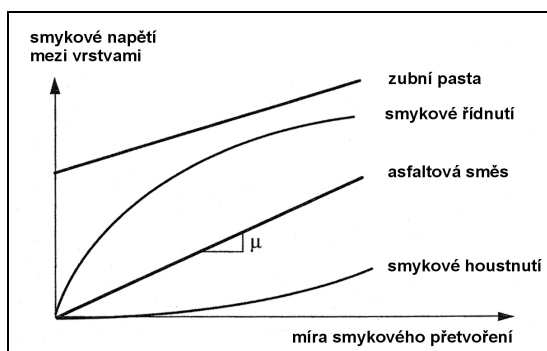
Pro vlastní experimentální činnost byla použita asfaltová silniční pojiva 50/70 a 70/100 v souladu s ČSN EN 12591, jejich různé modifikace pro vybrané účely (zejména s ohledem k viskozitě použití přísad pro výrobu tzv. nízkoviskózních asfaltových pojiv) a rozdílná stadia stárnutí s využitím standardních metod dnes zavedených v praxi. Cílem je porovnání obou zvolených metod stanovení dynamické viskozity, určení vztahu mezi nimi a popsání charakteru viskózního chování vybraných asfaltových pojiv v závislosti na stádiu stárnutí a použitého aditiva.

1 PROBLEMATIKA VISKOZITY

Asfaltová pojiva řadíme do skupiny viskoelastických látek a jejich chování, stejně jako v případě asfaltových směsí je závislé na teplotě, jakož i velikosti a časové délce zatížení. V případě teploty se obecně rozlišují tři případy, jak shrnuje VALENTIN (2003):

- a) *chování při vysokých teplotách* – v podmínkách velmi teplého podnebí (např. pouštní oblasti) nebo při trvalém zatížení (např. pomalu pojíždějící doprava či parkující nákladní vozidla) se asfaltové pojivo ve směsi chová jako viskózní kapalina. Za těchto předpokladů je potom kamenivo složkou asfaltové směsi, která přenáší zatížení. Další významnou veličinou je rychlost, neboť pro stanovení míry smyku dvou sousedních vrstev použijeme vzájemný poměr relativní velikosti rychlosti a tření. Horní vrstva způsobuje tahové napětí spodní vrstvy, která se naopak snaží zamezit vzájemnému posunutí. Obecně je tento vztah

pro různé kapaliny rozdílný. Pro Newtonovské kapaliny (voda, vzduch) platí lineární závislost mezi třecí silou a relativní rychlostí. V případě asfaltového pojiva a směsi lze o vlastnostech Newtonovské kapaliny hovořit při teplotách vyšších než 60°C. Z hlediska chování látek při smyku lze následně rozlišit několik skupin. Při nízkých teplotách se asfalt chová jako „smykem řidnoucí kapaliny“. Dochází k poklesu viskozity, pokud relativní rychlost roste. Při růstu hodnoty viskozity současně s růstem relativní rychlosti hovoříme o smykovém houštění (viz obr. 1). Horká asfaltová směs, vyznačující se viskózními vlastnostmi, se někdy označuje jako plastická látka, neboť začne-li téci, materiál se již nevrací do původního stavu. To je jeden z hlavních důvodů, proč se při velmi teplém počasí některé méně kvalitní směsi pod opakovanými pojezdy kol vozidel deformují. Je však třeba zdůraznit, že tento vznik trvalých deformací je do značné míry ovlivněn též druhem kameniva a jeho vlastnostmi, ARAND a ZANDER (1998).



Obr. 1: Chování látek znázorněné závislostí smykového napětí a míry smykového přetvoření.

- b) *chování při nízkých teplotách* – v případě chladného klimatu (např. zimní období) nebo při rychle se opakujícím zatížení (např. rychle pojíždějící nákladní vozidla) se asfaltové pojivo chová jako pružné těleso. Vlastnosti pružného tělesa lze nejlépe přiblížit pomocí gumového pásu, který se při napětí deformuje a po odlehčení se vrací zpět do původního stavu. Pokud je překročena mez únosnosti takového materiálu, dochází k jeho porušení. Tato skutečnost se ve vozovce může projevit tvorbou smršťovacích trhlin.
- c) *chování při středních (běžných) teplotách* – po většinu roku se podmínky prostředí nacházejí mezi oběma uvedenými extrémy velmi teplého nebo chladného počasí. V tomto případě má asfaltové pojivo i směs charakter obou látek – viskózní i pružné. Ačkoli asfaltové pojivo představuje vynikající tmelící materiál pro konstrukční materiály vozovek, je z výše uvedeného důvodu považováno za poměrně složitý materiál a popis jeho vlastností je náročný. Při rozezhřátí se asfalt chová jako „olej“, který umožňuje obalení, snadné míchání a dobré zhutnění směsi kameniva. Po ochlazení se asfaltové pojivo chová jako „lepidlo“ zajišťující soudržnost směsi. V této podobě se asfalt již chová viskoelasticky a jeho vlastnosti jsou závislé na teplotě a velikosti zatížení. Graficky se tato skutečnost obvykle znázorňuje známým modelem „pružina – tlumič“, kde pružina vyjadřuje elastické chování a tlumič slouží pro popis viskózní charakteristiky.

U materiálů, které vykazují viskózní i elastickou složku chování, je vhodné provádět analýzu tečení látek. Zjednodušeně lze říci, že vzniká-li v látce dostatečně velké přetvoření, může dojít k porušení struktury materiálu (elastický charakter přechází ve viskózní), ARAND a ZANDER (1998). Při malých přetvořeních je samozřejmě nadále rozhodující pružnost látky. Tečení v této souvislosti lze definovat jako pomalou deformaci materiálu obvykle při konstantním napětí. U viskoelastických látek v takovém případě pozorujeme postupné ovlivnění původně elastického chování viskoelastickými efekty.

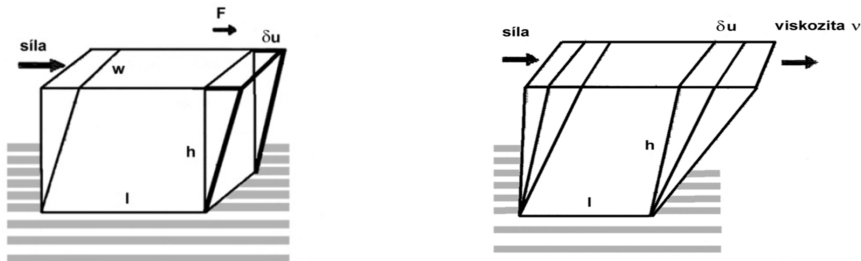
Problematika tečení s dynamickou viskozitou souvisí jen částečně, neboť tato charakteristika je určující především z hlediska zpracovatelnosti asfaltového pojiva a směsi. Tato oblast více souvisí s požadavky na pracovní teploty asfaltových směsí, které mají dopad na kvalitativní charakteristiky pojiva. U asfaltových pojiv je v této souvislosti specifickým problémem strukturní viskozita, která je charakteristická pro některé ne-Newtonovské kapaliny, mezi něž řadíme do určité míry klasické destilované asfalty, především potom modifikovaná asfaltová pojiva. Asfaltová pojiva se většinou zkoušejí dynamickou zkouškou vymezeného teplotního intervalu.

Jak vyplývá již z předešlého textu, viskozitou rozumíme vlastnost kapalné nebo plynné látky, kdy se při působení vnějších sil sleduje v čase narůstající změna tvaru a/nebo objemu kapaliny během jejího proudění. Změny jsou po dle poznatků FGSV (1985) po odeznění příčiny nevratné. Rozlišujeme viskozitu dynamickou η a kinetickou ν , mezi kterými existuje vzájemný úměrný vztah daný hustotou kapaliny ρ :

$$\nu = \eta / \rho \quad (1)$$

Kinetická viskozita je veličinou popisující pohyby v kapalině způsobené vlastní hmotností kapaliny. V oblasti této části fyzikálních jevů nás však ve stavebnictví zajímá především dynamická viskozita, která se v Newtonovské rovnici proudění chápe jako poměrová konstanta udávaná v Pa.s (N.s/m²) nebo v jejích násobcích. Fyzikální chování kapaliny při působení vnějších sil závisí náfyzikálně-chemických vlastnostech látky, její teplotě, čase a tlaku, smykovém spádu (gradientu rychlosti) a speciálně u suspenzí též na elektrickém poli. V případě využití asfaltu v silničním stavitelství nás zajímají jen materiálové vlastnosti, teplota, čas a smykový spád.

Viskózní kapalina je chápána jako kontinuum, jehož schopnost zachovávat stálý tvar, je poměrně malá. Vnitřní namáhání je vyvoláno napětím, které, jak je známo z hydrostatiky, na kapalinu působí neustále. Při statickém namáhání se dosahuje známého hydrostatického stavu napětí kdy $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3$. Při prostém posunutí nastává stav smykového napětí, který má v případě chování asfaltového pojiva neopomenutelný význam.



Obr.2: Znázornění smykového napětí a smykové rychlosti; VALENTIN (2003)

U ideálních kapalin dochází působením smykového napětí k průběžné deformaci s konstantní mírou, kterou označujeme jako gradient smykové rychlosti (smykový stupeň apod.). Vypočítá se jako změna smykového přetvoření γ v čase vyjádřená jednoduchou diferenciální rovnicí:

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} \quad (2)$$

Konstanta úměrnosti vyjádřená pomocí smykového napětí a gradientu smykové rychlosti se potom nazývá dynamická viskozita η . Tato konstanta je vyjádřením vnitřní soudržnosti a vnitřního tření viskózní kapaliny a tedy základní materiálová veličina (viz. obr. 2).

Grafickým znázorněním prvního vztahu získáme křivku proudění Newtonovské kapaliny, která se vyznačuje rovnoměrným růstem smykového napětí v závislosti na gradientu rychlosti, což znamená, že první veličina se zvyšuje, roste-li i druhá. Pomocí křivky proudění ryze viskózní kapaliny lze odvodit tzv. křivku viskozity, která charakterizuje vztah mezi dynamickou viskozitou a veličinou namáhání – buď smykovým napětím nebo gradientem rychlosti.

2 ZVOLENÉ METODY MĚŘENÍ DYNAMICKÉ VIZKOZITY

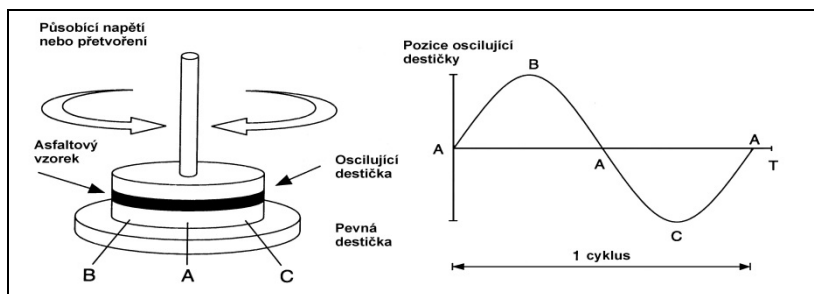
Jak již bylo uvedeno, lze dynamickou viskozitu asfaltových pojiv stanovit různými způsoby. Za nejjednodušší a dnes již v malé míře používanou metodu lze považovat Höpplerův viskozimetr. Oproti tomu postupně zavedenými metodami se staly rotační viskozimetr a dynamický smykový reometr. V druhém případě potom byly v uplynulých dvaceti letech sledovány různé geometrie (kužel-destička či destička-destička). V rámci dále prezentovaných výsledů byla měření dynamické viskozity provedena na rotačním viskozimetru Brookfield DV-II+Pro a na dynamickém smykovém reometru s cílem porovnat měření získaná odlišnými postupy.

Rotační viskozimetr se používá pro měření viskozity kapaliny při daných deformačních parametrech. Data získaná měřením na tomto viskozimetru lze vyhodnotit softwarem Rheocalc. Přístroj vychází z principu rotace definovaného vřetena ponořeného do vzorku za pomoci kalibrované pružiny. Viskózní vlastnosti kapaliny se měří stupněm reflexe pružiny, která se měří rotačním převodníkem. Obecně lze říci, že čím je krouticí moment pružiny větší, tím větší je i rozsah měření. Dynamická viskozita je udávána v mPas, smykové napětí v N/m^2 , deformační gradient (smykový spád) v s^{-1} a krouticí moment je vyjádřen v procentech. Použité vřeteno má označení SC4-27.

Podmínky zkoušky byly nastaveny v teplotním intervalu 100-160°C s odstupňováním po 10°C. Současně bylo měření provedeno pro tři zvolené smykové spády (gradienty rychlosti smyku) a to 0,1 s^{-1} ; 1 s^{-1} a 10 s^{-1} . Pro smykový spád 10 s^{-1} byla viskozita měřena v upraveném teplotním intervalu 130-160°C a to z důvodu zajištění měřitelné oblasti, která odpovídala možnostem použitého vřetene a rozsahu měření viskozimetru.

Dynamický smykový reometr (DSR) se využívá pro stanovení přetvárných a únavových charakteristik asfaltového pojiva v širokém spektru teplot, frekvencí a úrovní zatížení. Data získaná pomocí DSR umožňují podrobně popisovat dynamické chování asfaltu a to pomocí řady odvozených funkcí či charakteristik (smykový modul, master curve, křivka poddajnosti apod.). V rámci vlastního měření byl použit přístroj Mars II (ThermoHaake), který je standardně vybaven pokročilým softwarem umožňujícím široké možnosti nastavení zkušebních algoritmů. Použitý měřicí systém je založen na dvou paralelních destičkách, mezi kterými je rovnoměrně umístěn vzorek a horní – pohyblivá – destička osciluje nebo rotuje nad pevnou spodní destičkou. Destička se pohybuje působením pevného točivého momentu, který je odvozen od požadované úrovně smykového napětí nebo přetvoření. Pokud se měření provádí v režimu oscilace, nejedná se o konstantní pohyb, nýbrž odpovídá harmonicky proměnné (sinusové) funkci namáhání, jak je patrné z obr. 3.

Podmínky zkoušky byly nastaveny v teplotním intervalu 90-135°C s odstupňováním po 10 až 15°C. Současně bylo měření provedeno pro dva smykové spády a to 0,1 s^{-1} a 1 s^{-1} . Zkušební režim odpovídal rotaci pohyblivé destičky. Volba smykových spádů byla záměrná, aby bylo možné později provést vzájemné porovnání obou přístupů měření dynamické viskozity.



Obr. 3: Princip dynamického smykového reometru (DSR); Valentin (2003)

3 ASFALTOVÁ POJIVA A PROVEDENÁ POROVNÁNÍ

Pro měření dynamické viskozity byly jako výchozí asfaltová pojiva zvoleny standardní silniční asfalty 50/70 a 70/100, které odpovídali specifikacím ČSN EN 12591. Současně s tím byla

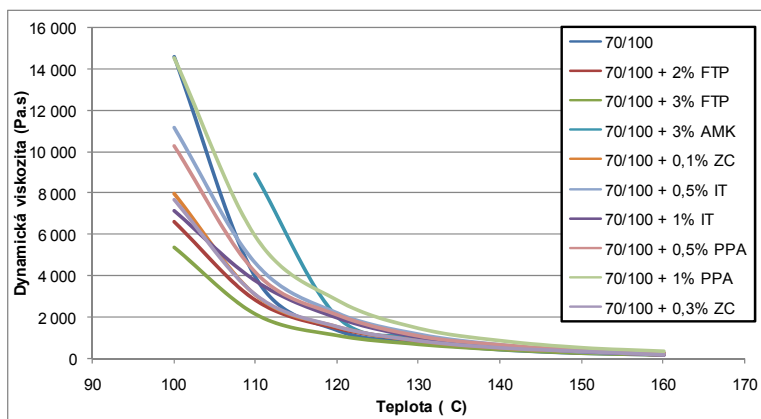
experimentálně připravena aktivovaná či chemicky modifikovaná pojiva, přičemž v této oblasti byla sledována jak tzv. nízkoviskózní asfaltová pojiva, tak i pojiva upravená kyselinou polyfosforečnou (PPA) a reprezentant asfaltových pojiv upravených vhodným smáčedlem pro zlepšení přilnavosti mezi asfaltem a kamenivem (přísada AdHere – AH). V případě nízkoviskózních asfaltových pojiv je třeba doplnit, že tyto asfalty se dnes aplikují zejména v oblasti nízkoteplotních asfaltových směsí s cílem zajistit potřebnou zpracovatelnost i při nižších pracovních teplotách. V důsledku nižších pracovních teplot zde vzniká potenciál pomalejší degradace materiálu vlivem termického zatížení. Použity byly dnes již v praxi tradiční FT vosk, amid mastných kyselin, tensid a nanochemická přísada. Přísada PPA se již řadu let aplikuje zejména v USA jako alternativní chemický modifikátor, který zlepšuje charakteristiky trvanlivosti asfaltové směsi a do jisté míry může působit též jako přilnavostní přísada. Potenciál z hlediska snižování pracovních teplot dosud byl u pojiv s PPA pozorován minimálně, a pokud lze nějakého snížení dosáhnout jedná se o jednotky stupňů Celsia.

Vlastní experimentální posuzování bylo rozděleno do tří dílčích problematik – porovnání vlivu použitých přísad na hodnotu viskozity a viskózní křivku ve zvoleném teplotním intervalu, porovnání vlivu stárnutí na viskozitu u vybraných asfaltových pojiv a především porovnání metod měření dynamické viskozity. Měření byla provedena u všech asfaltových pojiv, jak jsou svými viskózními křivkami specifikovány na obrázcích 4 a 5. Z důvodu velkého počtu získaných a interpretovatelných výsledků jsou dále uváděny jen vybrané. Ať již z hlediska parametrů provedených zkoušek (teplota, smykový spád) či z hlediska zaznamenaných hodnot jednotlivých měření.

4 VÝSLEDKY EXPERIMENTŮ

4.1 Vliv použitých přísad na viskozitu výsledného pojiva

Jak již bylo uvedeno výše, ovlivňují použitá aditiva u sledovaných a funkčně upravených asfaltových pojiv jejich chování, včetně dynamické viskozity, která je určující z hlediska zpracovatelnosti asfaltové směsi.



Obr. 4: Viskózní křivky pojiva 70/100 s e smykovým spádem 1 s^{-1} .

Z hlediska trendů používání nízkoviskózních přísad mají dle získaných poznatků provedených experimentálních měření některá aditiva vliv spíše kladný, některá vykázala i negativní trendy. Na obrázku 4 jsou patrné změny viskozity u zkoušených vzorků ve vztahu k použitým přísadám (PPA = kyselina polyfosforečná; IT = tensid; AMK = amid mastných kyselin; FTP = FT parafin; ZC a DC = nanochemické přísady). Výsledky byly samostatně analyzovány podle základního použitého pojiva 50/70 a 70/100 a současně podle smykového spádu při měření. Obrázek 4 uvádí příklad pro pojivo 70/100 a smykový spád 1 s^{-1} .

Pro smykový spád $0,1\text{s}^{-1}$ vykazaly naměřené výsledky nerovnoměrný průběh v porovnání se smykovým spádem $1,0\text{s}^{-1}$. Tento poznatek je pravděpodobně dán menšími rotačními pohyby a rychlejším ustálením tokových dějů ve vlastním pojivu.

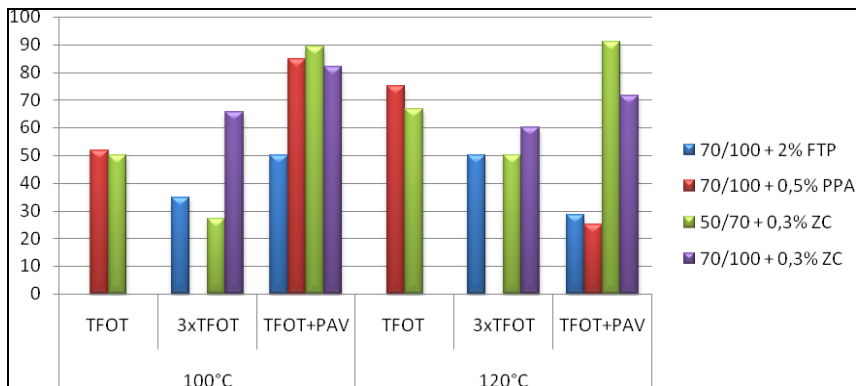
Varianty asfaltového pojiva 50/70 naznačují horší viskozitu až do teploty 140°C , pro vyšší teploty se viskozita zlepšuje a s ohledem na všechna použítá aditiva se blíží nule. V tomto směru nejlepších výsledků dosahuje pro všechny smykové spády pojivo 50/70+0,3%ZC a 50/70+0,5%DC. Varianty asfaltového pojiva 70/100 mají plynulejší průběh křivek i pro smykový spád $0,1\text{s}^{-1}$. Tato skutečnost je pravděpodobně dána vyšší gradací pojiva (nižším bodem měknutí), a tudíž dřívějším dosažením převažujícího viskózního stavu pojiva. Výsledná viskozita při smykovém spádu $0,1\text{s}^{-1}$ v teplotním intervalu od 130°C vychází nejlépe pro pojivo 70/100+0,3%ZC. Při nižších teplotách vykazuje nejlepší viskozitu pojivo 70/100+3%FTP. Při smykovém spádu $0,1$ a $1,0\text{s}^{-1}$ dosahují pojiva se všemi zkoušenými aditivy velmi podobných výsledků blízcím se nule.

4.2 Vliv simulace stárnutí na viskozitu výsledného pojiva

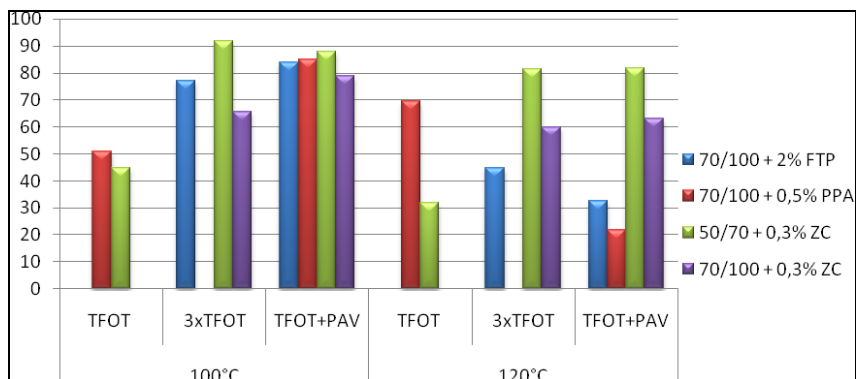
Na užité vlastnosti asfaltových směsí jsou kladeny zvyšující se kvalitativní nároky. Jedná se například o drsnost, trvanlivost, ale i odolnost proti trvalým deformacím, odolnost proti únavě a odolnost proti vzniku trhlin. Na konstrukci vozovky působí celá řada faktorů, mezi ně patří dopravní zatížení, klimatické podmínky, použitá receptura asfaltové směsi a vlastnosti kameniva a asfaltových pojiv. Z těchto faktorů se ovšem dají ovlivnit jen některé a velmi často navíc jen částečně. Pro laboratorní zkoumání vývoje užitných i reologických vlastností asfaltových směsí i samotného asfaltového pojiva se kromě jiných používají zkoušky odolnosti proti stárnutí. Ty mají za úkol co nejvěrněji napodobit chování a změny vlastností během výroby a užívání, přičemž simulují degradaci především asfaltového pojiva. Stárnutí asfaltových pojiv je proto rozděleno do dvou skupin:

- urychlené krátkodobé stárnutí popisuje změny materiálových vlastností asfaltu během výroby a pokládky asfaltové směsi. Laboratorní simulace materiálových změn asfaltového pojiva je popsána v technické normě ČSN EN 12607-1 (metoda RTFOT), ČSN EN 12607-2 (metoda TFOT) a v ČSN EN 12607-3 (metoda RFT). Dle podmínek uvedených ve zmíněných normách se za určující metodu považuje RTFOT.
- urychlené dlouhodobé stárnutí popisuje změny materiálových vlastností především asfaltu během užívání. Simulace změn asfaltového pojiva za dlouhodobého stárnutí prováděného v laboratořích popisuje technická norma ČSN EN 14769 – urychlené dlouhodobé stárnutí v tlakové nádobě (PAV) a ČSN EN 15323 – urychlené dlouhodobé stárnutí metodou rotujícího válce (RCAT).

K porovnání vývoje dynamické viskozity v závislosti na míře stárnutí (degradace) asfaltového pojiva bylo použitoměřením viskozimetrem s nastaveným rozsahem teplot $90\text{--}160^{\circ}\text{C}$. Měření probíhalo pro více smykových spádů, v porovnání je věnována pozornost smykovému spádu $0,1\text{s}^{-1}$ a $1,0\text{s}^{-1}$. Provedena byla i řada měření na dynamickém smykovém reometru a to především se zaměřením na hodnoty komplexního smykového modulu při vybraných teplotách s použitím frekvenčního spektra $0,1\text{--}10\text{ Hz}$. Tyto výsledky s ohledem k rozsáhlosti měření nejsou v tomto příspěvku prezentovány, uvádí je např. MILÁČKOVÁ (2011). Jako zkoušky stárnutí byla vybrána metoda krátkodobého stárnutí TFOT (stárnutí vzorku asfaltového pojiva 5 hodin při 163°C), postup dlouhodobého kombinovaného stárnutí TFOT+PAV (stárnutí vzorku asfaltového pojiva 20 hodin při teplotě 100°C a zvýšeném tlaku) a 3xTFOT (stárnutí vzorku asfaltového pojiva 15 hodin při 163°C). Metody simulují účinek teploty a působení slunečního záření přičemž metoda 3xTFOT byla zvolena jako jednodušší alternativa k metodě PAV. Nejedná se o normovou zkušební metodu.

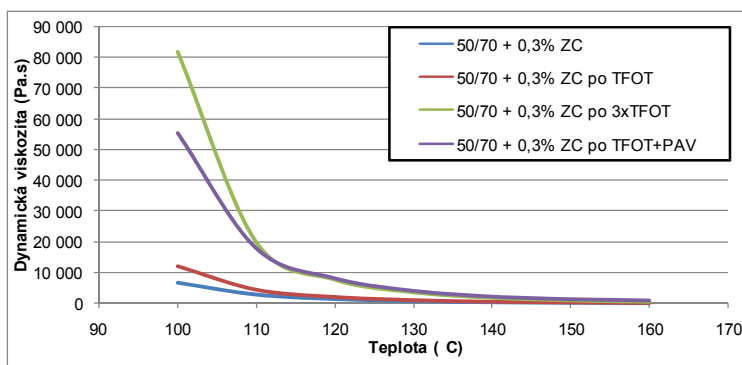


Obr. 5: Procentuální změna viskozity (svislá osa) ve vztahu k úrovni stárnutí (smykový spád $0,1s^{-1}$)



Obr. 6: Procentuální změna viskozity (svislá osa) ve vztahu k úrovni stárnutí (smykový spád $1,0s^{-1}$)

Výsledky uvedené pro asfaltová pojiva 70/100 na obr. 5 a 6 porovnávají viskozity ve vztahu k stárnutí a dobře znázorňují účinek degradace asfaltu. Ve většině případů dochází ke zhoršení viskozity. Této tendence dosahují výsledky pro smykový spád $1,0s^{-1}$ i $0,1s^{-1}$ a uvedená skutečnost je dána zvyšováním bodu měknutí, který posouvá viskózní oblast pojiva a je dána změnou poměru mezi maltény a asfaltény v pojivu. Uvedená změna v chemické struktuře pojiva je zpravidla nevratná.



Obr. 7: Viskózní křivky pojiva 50/70 s přísadou ZC pro různé úrovni stárnutí

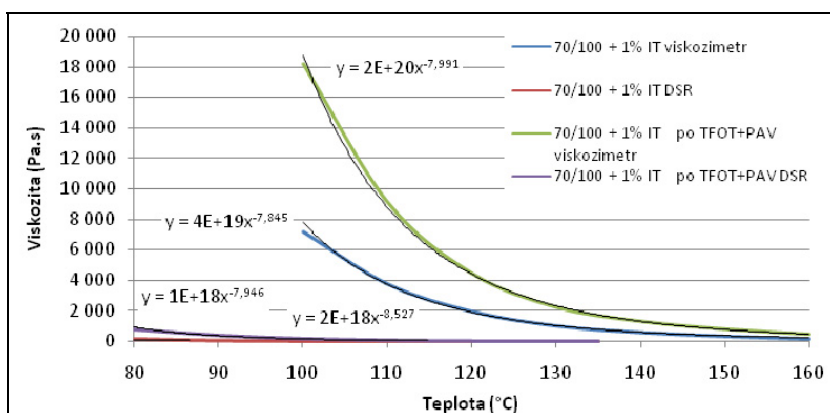
Uvedenou skutečnost pak v absolutní vyjádření dobře dokládají vzájemně porovnané křivky viskozit jednotlivých stavů degradace asfaltového pojiva (viz příklad pro pojivo 50/70 s přísadou Zycosoil na obrázku 7). Zdůraznit je třeba zejména rozdíl dynamických viskozit v intervalu

90-120°C, kdy dlouhodobé stárnutí vede k výraznému nárůstu této hodnoty, čímž lze dobře interpretovat i typický pokles penetrace a zvýšení tuhosti asfaltového pojiva. Z dále uvedených grafů je dále patrné, že simulace dlouhodobého stárnutí pomocí PAV a 3xTFOT nevede z hlediska hodnot viskozity ke stejným závěrům. Patrné též je, že změna viskozity vlivem krátkodobého stárnutí je poměrně malá.

4.3 Porovnání vybraných metod stanovení dynamické viskozity

Porovnání výsledků z obou měření ukazuje, že nelze přesně popsat vztah mezi zvolenými metodami. Z dosud provedených měření také vyplývá, že pravděpodobně nebude možné stanovit vhodnou korelaci obou metod. Pomocí vhodně zvolených regresních křivek, jsou stanoveny regresní parametry a a b pro jednotlivé vzorky, kdy jejich poměrem, jako zvoleného srovnávacího parametru, nebylo dosaženo stálého výsledku. Na základě dosažených poznatků lze tak pouze obecně konstatovat, že dynamická viskozita se zvyšující teplotou klesá, ale nelze odvodit výsledek jednoho typu měření z druhého.

Pro regresní křivky uvedené v obr. 8 byla použita obecná mocninná funkce $y = b x^a$, která byla vyhodnocena na základě dosažených regresních koeficientů jako nejvhodnější. Parametr a v této funkci popisuje strmost růstu křivky viskozity, parametr b odpovídá hodnotě viskozity, které by materiál teoreticky limitně dosáhl při teplotě 0°C, to s ohledem k absolutní velikosti hodnoty odpovídá skutečnosti absolutně tuhé látky při této teplotě.



Obr. 8: Příklad regresní křivky pro pojivo 70/100+1%IT

Parametry regresní funkce jsou shrnuty (pro ilustraci pouze pro smykový spád 0,1 s⁻¹) v tabulce 1 a 2 samostatně pro rotační viskozimetr i DSR. Poměrové hodnoty jsou spočítané pro regresní parametr a i b .

Tabulka 1: Parametry a a b regresních křivek pro viskozitu při smykovém spádu 0,1s⁻¹, pojivo 70/100

| pojivo | viskozimetr | | DSR | | b1/b2 | a1/a2 |
|------------------------------|-------------|-------|--------|-------|-------|-------|
| | a | b | a | b | | |
| 70/100 (referenční) | -41,98 | 2E+88 | -7,84 | 5E+16 | 4E+71 | 5,355 |
| 70/100+1% IT | -6,964 | 2E+18 | -8,27 | 4E+17 | 5 | 0,842 |
| 70/100+1% IT (po TFOT+PAV) | -41,33 | 7E+87 | -9,245 | 9E+20 | 8E+66 | 4,471 |
| 70/100+0,3% ZC (po TFOT+PAV) | -25,33 | 2E+56 | -6,159 | 2E+14 | 1E+42 | 4,113 |
| 70/100+2% FTP (po 3xTFOT) | -25,9 | 2E+57 | -9,83 | 1E+22 | 2E+35 | 2,635 |
| 70/10 +3% AMK (po TFOT) | -38,51 | 9E+82 | -12,13 | 2E+26 | 5E+56 | 3,175 |
| 70/100+3% AMK (po TFOT+PAV) | -26,66 | 9E+58 | -9,705 | 1E+22 | 9E+36 | 2,747 |

Tabulka 2: Parametry a a b regresních křivek pro viskozitu při smykovém spádu $0,1\text{s}^{-1}$, pojivo 50/70

| pojivo | viskozimetr | | DSR | | b1/b2 | a1/a2 |
|-----------------------------|-------------|-------|--------|-------|-------|-------|
| | a | b | a | b | | |
| 50/70 (referenční) | -34,7 | 5E+74 | -6,378 | 6E+13 | 8E+60 | 5,441 |
| 50/70 + 1%PPA (po TFOT+PAV) | -11,55 | 8E+28 | -10,22 | 7E+23 | 1E+05 | 1,13 |
| 50/70+0,3%ZC (po TFOT+PAV) | -7,517 | 5E+19 | -6,159 | 2E+14 | 3E+05 | 1,22 |
| 50/70+0,3%ZC (po 3xTFOT) | -34,7 | 5E+74 | -7,553 | 2E+17 | 3E+57 | 4,594 |
| 50/70 + 0,5% PPA (po TFOT) | -7,477 | 2E+19 | -8,486 | 4E+18 | 5 | 0,881 |

5 ZÁVĚR

Cílem provedených experimentů bylo ověření, zda zvolené zkušební metody stanovení dynamické viskozity, tedy měření pomocí rotačního viskozimetru a dynamického smykového reometru, jsou porovnatelná. Při prováděných porovnání se vycházelo též z poznatků bakalářské práce, kde byly provedeny soubory měření asfaltových pojiv různého stádnutí a byla hledána závislost mezi jednotlivými metodami a to ve vztahu k charakteristikám, které lze určit pomocí DSR, MILÁČKOVÁ (2011). Z výsledků je zřejmé, že jednoznačný vztah nelze definovat. Měření prokázala, že obecně dynamická viskozita asfaltu s vyšší teplotou klesá, ovšem nelze odvodit výsledky jedné metody od druhé. Výsledky jednotlivých metod vycházejí v řádech odlišně.

Další zkoumanou vlastností byl vliv aditiv v rámci zlepšení zpracovatelnosti, kde bylo zjištěno, že nejpříznivěji z hlediska posuzovaných variant ovlivňuje viskozitu pojiv 50/70 i 70/100 při nižších teplotách (kolem $120\text{--}130^\circ\text{C}$) nanochemická přísada Zycosoil dávkovaná v množství 0,3 %-hm. asfaltového pojiva. Dále viskozitu pojiva 50/70 zlepšuje přísada Densicryl a v případě pojiva 70/100 se jedná o FT parafín dávkovaný v množství 3 %-hm. asfaltového pojiva.

Výsledky porovnávající vliv stádnutí na vývoj viskozity asfaltového pojiva vypovídají o degradaci pojiva a ve většině případů o zhoršení hodnot viskozity, v intervalu sledovaných teplot.

PODĚKOVÁNÍ

Príspevek byl realizován za finančního přispění Technologické agentury ČR, projekt programu ALFA TA02030639.

LITERATURA

- [1] STASTNA, J., ZANZOTTO, L., VACÍN, O.: *Viscosity function in polymer modified asphalts*, research report, University of Calgary, Calgary 2003.
- [2] VALENTIN, J.: *Užitné vlastnosti a reologie asfaltových pojiv a směsí – charakteristiky, nové zkušební metody, vývojové trendy*, INPRESS, Praha 2003.
- [3] ARAND, W., ZANDER, U.: *Einfluss von Temperatur und Temperaturrate auf den Verformungswiderstand frisch verlegter Asphaltdeckschichten während Abkühlung und Wiedererwärmung*. Schlussbericht zum AiF-Forschungsvorhaben Nr. 9 975, Braunschweig 1998.
- [4] FGSV: *Merkblatt über die mechanischen Eigenschaften von Asphalt*. Forschungsgesellschaft für Straßen- und Verkehrswesen, Arbeitsgruppe „Asphaltstraßen“, Köln 1985.
- [5] Miláčková K.: *Porovnání metodik krátkodobého a dlouhodobého stádnutí u vybraných asfaltových pojiv*. Bakalářská práce, Fakulta stavební ČVUT v Praze, 2011.

Oponentní posudek vypracoval:

Ing. Silvia Štefunková, PhD., Katedra dopravných stavieb, Stavebná fakulta, STU v Bratislave.

Ing. Václav Neuvirt, CSc., NIEVELT-Labor Praha, spol. s r.o., Praha.